

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-213889

(43)公開日 平成7年(1995)8月15日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 13/04				
C 0 8 K 9/02	K C N			
G 0 2 B 5/20	1 0 1			
		9342-4G	B 0 1 J 13/ 02	A
			G 0 3 G 9/ 08	3 6 1
審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 8 頁) 最終頁に続く				

(21)出願番号 特願平6-29112

(22)出願日 平成6年(1994)2月1日

(71)出願人 000004178

日本合成ゴム株式会社
東京都中央区築地2丁目11番24号

(72)発明者 二宮 利幸

東京都中央区築地2丁目11番24号 日本合
成ゴム株式会社内

(72)発明者 志保 浩司

東京都中央区築地2丁目11番24号 日本合
成ゴム株式会社内

(72)発明者 笠井 澄

東京都中央区築地2丁目11番24号 日本合
成ゴム株式会社内

(54)【発明の名称】 複合粒子および中空粒子の製造方法

(57)【要約】

【目的】 均一な粒子形状を有し、粒子径分布が狭く、分散性および耐熱変色性に優れ、かつ表面被覆層が強固でもはや被覆層成分が溶媒もしくは溶質へ移行することのない、特にカラーフィルター等の電子材料用の顔料として有用な複合粒子および中空粒子の製造方法に関する。

【構成】 複合粒子の製造方法は、コアとなる微粒子を水および／またはアルコール溶液中に均一に分散させ、硫黄化合物の存在下、加水分解性カドミウム塩を加水分解させ、コアとなる微粒子上にカドミウム化合物被覆層を形成させることにより、中空粒子の製造方法は前記複合粒子を加熱し、粒子内部に空孔をもたせることとなる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 コアとなる微粒子を水および／またはアルコール溶液中に均一に分散させ、硫黄化合物の存在下、加水分解性カドミウム塩を加水分解させ、コアとなる微粒子上にカドミウム化合物被覆層を形成させることを特徴とする複合粒子の製造方法。

【請求項2】 請求項1により得られた複合粒子を加熱し、粒子内部に空孔をもたせることを特徴とする中空粒子の製造方法。

【0001】**【発明の詳細な説明】**

【産業上の利用分野】 本発明は、複合粒子および中空粒子の製造方法に関し、詳しくは顔料、研磨剤、コーティング剤、塗料、スペーサ、光学材料、充填剤、トナー、樹脂改質剤、インク、吸着剤等に好適に使用され、特にカラーフィルター等の電子材料用の顔料として好適に使用される複合粒子および中空粒子の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 現在、黄色無機顔料としては、CdS粒子等が広く一般的に使用されている。しかし、従来のCdS粒子は粒子径分布が広く、形状がまちまちであり、分散性が悪いことから、カラーフィルター等の電子材料用の顔料には採用されていなかった。一方、カラーフィルター等の電子材料に現在使用されている染料は、耐熱性が低く、また、色剤が液晶層へ移行したり、染み出したりするという問題点を有しており、この問題点を解決する電子材料用の顔料は分散性に乏しいという問題点を有していた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 そこで本発明の目的は、均一な粒子形状を有し、粒子径分布が狭く、分散性および耐熱変色性に優れ、かつ表面被覆層が強固でもはや被覆層成分が溶媒もしくは溶質へ移動することのない、特にカラーフィルター等の電子材料用の黄色顔料として好適な複合粒子および中空粒子の製造方法を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 上記目的は、コアとなる微粒子（以下、「コア微粒子」という。）を水および／またはアルコール溶液中に均一に分散させ、硫黄化合物の存在下、加水分解性カドミウム塩を加水分解させ、コア微粒子上にカドミウム化合物被覆層を形成させることを特徴とする複合粒子（以下、「カドミウム系複合粒子」という。）の製造方法、および上記により得られたカドミウム系複合粒子を加熱し、粒子内部に空孔をもたせることを特徴とする中空粒子（以下、「カドミウム系中空粒子」という。）の製造方法、により達成される。

【0005】 以下、本発明の構成について詳述する。これにより本発明の目的、構成および効果が明確になるであろう。本発明におけるコア微粒子の材料としては、特

に限定されるものではないが、例えばガラス、シリカ、アルミニウム、チタン、鉄、ニッケル、銅、金、銀、ステンレススチール、酸化鉄、フェライト、カーボンブラック等の無機材料；エチレン、プロピレン等のオレフィンの（共）重合体；スチレン、ジビニルベンゼン等の芳香族ビニル化合物の（共）重合体；酢酸ビニル等のビニルエステルの（共）重合体；アクリロニトリル等のシアニ化ビニル化合物の（共）重合体；（メタ）アクリル酸メチル等の（メタ）アクリル酸エステルの（共）重合体；塩化ビニル、テトラフルオロエチレン等のハロゲン化ビニル化合物の（共）重合体；ポリアセタール；ポリカーボネート；ポリエステル；アルキド樹脂；不飽和ポリエステル；ポリアリレート；ポリスルフィド；ポリスルホン、ポリアミド（例えばナイロンー6、ナイロンー12等）；ポリイミド、ポリシロキサン；エポキシ樹脂；フェノール樹脂；尿素樹脂；メラミン樹脂；ベンゾグアナミン樹脂；セルロース；アイオノマー等を使用することができる。コア微粒子が有機高分子材料である場合は、架橋構造を有することもできる。これらのコア微粒子は、予め2種以上の材料を混練・混合後、造粒、分級した粒子でもよく、また異なる材料からなる2種以上の粒子の混合物であることもできる。これらのコア微粒子の色調は特に限定されない。

【0006】 コア微粒子の調製方法としては、特に限定されるものではないが、例えば転動造粒、流動層造粒、攪拌造粒、解砕・粉碎、圧縮造粒、押出造粒、熔融造粒、混合造粒、噴霧冷却造粒、沈澱・析出造粒、凍結乾燥造粒、懸濁凝集造粒、滴下冷却造粒等の物理的造粒法；乳化重合、懸濁重合、沈澱重合等の化学的造粒法等を、コア微粒子の材料に応じて適宜選択して造粒し、分級する方法を挙げることができる。また、コア微粒子が市販品として入手できる場合は、それを使用することもできる。以上により得られるコア微粒子の平均粒子径は、好ましくは0.02～1000 μm であり、特に好ましくは、0.05～500 μm である。

【0007】〔カドミウム系複合粒子〕本発明のカドミウム系複合粒子の製造方法は、コア微粒子を水および／またはアルコール溶液中に均一に分散させ、硫黄化合物の存在下、加水分解性カドミウム塩を加水分解させ、コア微粒子上にカドミウム化合物被覆層を形成させることにより得られる。なお、前記加水分解反応の反応温度は好ましくは20℃以上、さらに好ましくは25℃以上で上限は一般に100℃以下であり、反応時間は好ましくは30分以上、さらに好ましくは60分以上で上限は一般に24時間である。

【0008】 前記加水分解性カドミウム塩としては、例えば、硝酸カドミウム、硫酸カドミウム、塩化カドミウム等が挙げられる。これらの加水分解性カドミウム塩は単独で、あるいは二種以上を混合して使用することができる。上記加水分解性カドミウム塩の使用量は、0.0

1ミリモル／反応液11以上、さらに好ましくは0.1ミリモル／反応液11以上、さらに好ましくは1ミリモル／反応液11以上であり、上限は一般に10,000ミリモル／反応液11以下である。なお、上記反応液とは、加水分解性カドミウム塩と水および／またはアルコール溶液との混合液のことをいう。

【0009】また、前記硫黄化合物としては、例えばチオアセトアミド、チオセミカルバジド、チオ尿素、チオカルバニリド、チオオキサミド酸エチル等のチオアミド類、硫化水素等が挙げられる。これらの硫黄化合物は単独で、あるいは二種以上を混合して使用することができる。上記硫黄化合物の使用量は、0.01ミリモル／反応液11以上、さらに好ましくは0.1ミリモル／反応液11以上であり、上限は一般に10,000ミリモル／反応液11以下である。

【0010】上記カドミウム系複合粒子の製造において溶媒として使用されるアルコールとしては、例えばメタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、iso-プロパノール、n-ブタノール、2-ブタノール、t-ブタノール等の飽和アルコールが挙げられる。これらのアルコールは単独で、または二種以上を混合してもよい。また、水とアルコールとを併用する場合、その割合については、特に制限はないが、水11当たり、アルコールが51以下であることが好ましい。

【0011】コア微粒子の使用量は、通常、0.001g／反応液11以上、好ましくは0.01g／反応液11以上、特に好ましくは0.1g／反応液11以上であり、上限は一般に10,000g／反応液11以下である。

【0012】カドミウム系複合粒子の製造方法において重要な点は、水および／またはアルコール溶液中に、コア微粒子を均一に分散させることである。例えば分散状態が悪く、コア微粒子が凝集し、数個～数百個の固まりとなっていれば、その上からカドミウム化合物が被覆されてしまい、均一なカドミウム系複合粒子を得ることができず、また、得られたカドミウム系複合粒子同士が溶液中で会合、凝集し、再分散できなくても、均一なカドミウム系複合粒子とすることができない。

【0013】これらの欠点を改良するために、水および／またはアルコール溶液中にアルコール可溶性高分子および／または界面活性剤を分散性改良剤として添加することが好ましい。これらの分散性改良剤の使用量は、コア微粒子100重量部に対し、好ましくは1重量部以上、より好ましくは3～300重量部、特に好ましくは5～250重量部である。

【0014】上記分散性改良剤としては、例えばカルボキシメチルセルロースのナトリウム塩、ヒドロキシエチルセルロース、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチレンオキシド、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等のアルコール可溶性高分子；ステアリン酸ナトリ

ウム、ポリカルボン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウリル硫酸ナトリウム、ジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウム、コハク酸ジアリキルエステルスルホン酸ナトリウム等の界面活性剤を挙げることができる。また、分散性改良剤として市販品であるTriton X-100（ロームアンドハース社製）を用いることもできる。好ましい分散性改良剤は、ポリビニルピロリドン、ベンゼンスルホン酸ナトリウム等である。これらの分散性改良剤は、アルコール可溶性高分子および界面活性剤それぞれについて、単独でまたは2種以上を混合して使用することができ、またアルコール可溶性高分子と界面活性剤とを併用することもできる。

【0015】本発明において、加水分解性カドミウム塩の加水分解により、コア微粒子上にカドミウム化合物被覆層が形成されるメカニズムは、基本的に2つある。その1つは、加水分解されたカドミウムイオンおよび／または加水分解により生成した錯体が、コア微粒子表面に吸着されて被覆層を形成するメカニズムである。他の1つは、加水分解段階を経て、極めて小さいカドミウム化合物微粒子からなる核が初期に形成され、この核微粒子が、ヘテロ凝集機構によってコア微粒子表面に吸着されることにより、被覆層が成長するというメカニズムである。そのうち後者のメカニズムでは、コア微粒子上に吸着されるカドミウム化合物微粒子の数と粒径を調節することにより、被覆層の厚みを制御することが容易となる。

【0016】前記2つのメカニズムのうち、のヘテロ凝集機構を経るメカニズムは、コア微粒子が電荷を有する場合に支配的となる。例えば、加水分解性カドミウム塩等の加水分解反応が、生成するカドミウム化合物微粒子の等電点以上のpHで起こる場合は、コア微粒子が正電荷を有することにより、カドミウム化合物微粒子が効率よく吸着される。また、加水分解性カドミウム塩等の加水分解反応が、カドミウム化合物微粒子の等電点以下のpHで起こる場合は、コア微粒子が負電荷を有することにより、前記カドミウム化合物微粒子が効率よく吸着されることになる。したがって、前記核微粒子発生時のカドミウム化合物微粒子とコア微粒子との電荷差を大きくし、カドミウム化合物によるコア微粒子の被覆効率を向上させるために、酸またはアルカリを加えてpHを調節してもよく、また、例えば尿素および／またはホルムアミドを反応混合液に添加、加熱して、それらの熱分解によりpHを調節してもよい。

【0017】また、コア微粒子が有機材料である場合、該コア微粒子表面に正または負の電荷を有する官能基を導入することにより、前記カドミウム化合物微粒子をさらに効率よくコア微粒子表面に吸着させることができる。このような官能基の具体例としては、スルホン酸基、アミノ基、リン酸基、カルボキシル基、エポキシ

基、アゾ基等が挙げられ、これらの官能基は、従来より知られている方法により容易にコア微粒子表面に導入することができる。また、コア微粒子が無機材料の場合でも有機材料の場合でも、該コア微粒子表面に予め前記官能基を有する界面活性剤および／または界面活性重合体を吸着させることにより、前記カドミウム化合物微粒子のコア微粒子表面への吸着を促進させることができる。

【0018】以上により得られるカドミウム系複合粒子の平均粒子径は0.03~2,000 μ m、好ましくは0.05~1,000 μ m、特に好ましくは0.05~100 μ mであり、該カドミウム系複合粒子の粒子外径に対するコア微粒子の粒径の比は0.4~0.99、好ましくは0.6~0.99である。

【0019】〔カドミウム系中空粒子〕本発明におけるカドミウム系中空粒子の製造方法は、前述のようにして得られたカドミウム系複合粒子中において、コア微粒子として有機材料を用いたカドミウム系複合粒子を、空気または酸素の存在下、前記コア微粒子となる有機材料の種類により異なるが好ましくは100℃以上、さらに好ましくは450℃以上に加熱して、有機材料を分解しガス化させて粒子内部から飛散させ粒子内部に空孔を形成することにより得られる。

【0020】上記カドミウム系中空粒子の製造方法において、コア微粒子として用いられる有機材料には特に制限は無いが、完全に分解し、ガス化させやすくするためには、架橋していないことが好ましい。これにより低温で短時間に空孔を形成させることができる。例えばコア微粒子として用いられる有機材料が架橋されている場合、800℃以上、さらに好ましくは1100℃以上で加熱する必要がある。従って、コア微粒子としては、加熱による分解しやすさの点で、スチレン、アクリロニトリル、酢酸ビニル等の単量体を主成分とした重合体で、架橋されていないものが好ましい。なお、加熱温度が1200℃以上の場合であったり、また、昇温率および冷却率が急激であるとカドミウム系中空粒子の表面にクラックが入りやすくなったり、シェルが崩壊しやすくなる。このため、昇温率としては30℃/分以下、冷却率としては20℃/分以下が好ましい。上記製造方法により、単分散で均一なシェル層を有するカドミウム系中空粒子を得ることができ、しかも粒子径、空孔径を自由にコントロールすることができる。以上により得られるカドミウム系中空粒子の平均粒子径は通常、0.02~1,500 μ m、さらに好ましくは0.05~750 μ mである。また、粒子外径に対する内部空孔径の比は、通常、0.3~0.99、さらに好ましくは0.6~0.99である。

【0021】

【実施例】以下、実施例により本発明を説明するが、本発明はこれらによって限定されるものではない。なお、実施例および比較例において分散性および耐熱変色

性の評価は以下に示すようにして行った。

【0022】分散性；水10重量部に対し、複合粒子、中空粒子またはCdS粒子0.1重量部を添加し、超音波処理を2分間行った後、水中での各粒子の分散性を光学顕微鏡を用いて観察した。ここで、分散性が極めて良好な場合を◎、良好な場合を○、一部凝集が見られる場合を△、全て凝集している場合を×とした。

【0023】耐熱変色性；複合粒子、中空粒子またはCdS粒子1gを石英ボートに入れ、空気雰囲気下、200℃で1時間加熱し、加熱前後の各粒子の色を目視にて観察した。

【0024】合成例1

1lの4つ口フラスコに蒸留水574g、過硫酸カリウム1.0gおよびドデシル硫酸ナトリウム0.30gを入れ、10分間攪拌して、それらを完全に溶解させた。次いで、スチレン100gを添加し、N₂ガスをパージしながら5分間攪拌した。その後フラスコをウォーターバスに入れ、80℃で4時間反応させた後、これを室温まで冷却した。冷却後、濾紙を使用し凝集物を除去し、スチレン重合体からなる球状重合体分散液を得た。この分散液の全固形分は14.5重量%であり、球状重合体粒子の平均粒子径は0.42 μ mであった。この球状重合体粒子分散液の濃度を5g/lとなるように蒸留水を加えて調製した。

【0025】合成例2

1lの4つ口フラスコに蒸留水576g、Triton X-100（ロームアンドハース社製、非イオン性界面活性剤）0.5gおよび2,2'-アゾビス（2-メチルプロピオニトリル）（以下、「AIBN」という。）1.0gを入れ10分間攪拌し、完全にTriton X-100、AIBNを溶解させた。次いで、スチレン100gを添加し、N₂ガスをパージしながら5分間攪拌した。その後、このフラスコをウォーターバスに入れ70℃で12時間反応させ、次いで室温まで冷却した。冷却後、濾紙を使用し凝集物を除去し、スチレン重合体粒子からなる球状重合体粒子分散液を得た。この分散液の全固形物は14.7重量%であり、球状重合体粒子の平均粒子径は0.17 μ mであった。この球状重合体粒子分散液の濃度を5g/lとなるように蒸留水を加えて調製した。

【0026】合成例3

1lの4つ口フラスコに合成例2で得られた球状重合体粒子分散液70g、蒸留水929gおよび過硫酸ナトリウム1.0gを入れ10分間攪拌し、過硫酸ナトリウムを溶解させた。次いでスチレン90gおよびジビニルベンゼン10gを添加し、N₂ガスをパージしながら5分間攪拌した。その後フラスコをウォーターバスに入れ70℃で12時間反応させ、次いで室温まで冷却した。冷却後、濾紙を使用し、凝集物を除去し、スチレン/ジビニルベンゼン共重合体からなる球状重合体粒子分散液を

得た。この分散液の全固形分は9.3重量%であり、この球状重合体粒子の平均粒子径は $0.35\mu\text{m}$ であった。この球状重合体粒子分散液の濃度を 5g/l となるように蒸留水を加えて調製した。

【0027】合成例4

日本合成ゴム(株)社製、STADEX SC-310-S(球状スチレン重合体粒子、平均粒子径 $=3.2\mu\text{m}$)の球状重合体粒子分散液の濃度を 5g/l となるように蒸留水を加えて調製した。

【0028】実施例1

合成例1で得られた球状重合体粒子分散液(濃度 5g/l) 60ml 、ポリビニルピロリドン(ポリスチレン換算重量平均分子量(以下、「Mw」という。) $=36$ 万) 0.6g 、硝酸カドミウム 10g 、チオアセトアミド 20g および3体積%エタノール水溶液 2l をセパラブルフラスコに入れた。この反応混合溶液を、ホモジナ

合成例1で得られた球状重合体粒子
硝酸カドミウム(モノマー)
ポリビニルピロリドン(Mw=36万)
チオアセトアミド

複合粒子Aの形状、組成等ならびに分散性の評価結果を表1に、また、耐熱変色性の評価結果を表2に示す。

【0029】実施例2～6

複合粒子の製造において使用する成分および製造条件を表1に示すように変えた以外は実施例1と同様にして複合粒子を得た(実施例2～6)。得られた複合粒子の形状、組成等ならびに分散性の評価結果について実施例1と併せて表1に、また、耐熱変色性の評価結果を表2に示す。

【0030】比較例1

ポリビニルピロリドン(Mw=36万) 0.6g 、硝酸カドミウム 10g 、チオアセトアミド 20 および水 2l をセパラブルフラスコに入れた。この反応混合液をホモ

硝酸カドミウム
ポリビニルピロリドン(Mw=36万)
チオアセトアミド

また、CdS粒子の形状、組成等ならびに分散性の評価結果について実施例1と併せて表1に、また、耐熱変色性の評価結果を表2に示す。

イザーでよく攪拌した後、 30°C で3時間加熱し加水分解させた。その後、これを室温まで冷却し、遠心分離により複合粒子を沈降させて、上澄溶液を分離後、蒸留水を加え、ホモジナイザーで完全に粒子を分散させた後、複合粒子を分離するという洗浄工程を5回繰り返した。その後、得られた複合粒子(以下、「複合粒子A」という。)を常温で乾燥した。複合粒子Aを電子顕微鏡にて観察したところ、平均粒子径は $0.50\mu\text{m}$ 、粒子外径に対するコアの粒径の比が 0.84 の粒子表面が均一な層で完全に被覆された球状の複合粒子であった。複合粒子Aを赤外吸収スペクトル、X線回折、熱重量分析、元素分析、電気泳動装置等にて分析したところ、コアがポリスチレン重合体、シェルがCdSからなる複合粒子であることが確認された。なお、上記反応における各成分の使用割合は以下の通りであった。

1. 5g /反応液 1l
 5g /反応液 1l
0. 3g /反応液 1l
 10g /反応液 1l

ジナイザーでよく攪拌した後、 50°C で3時間加熱し加水分解させた。その後、これを室温まで冷却し、遠心分離により複合粒子を沈降させて上澄溶液を分離後、蒸留水を加え、ホモジナイザーで完全に粒子を分散させた後、CdS粒子を分離するという洗浄工程を5回繰り返した。その後、得られたCdS粒子を常温で乾燥した。前記CdS粒子を電子顕微鏡にて観察したところ、平均粒子径が $0.40\mu\text{m}$ のCdS粒子であった。CdS粒子を赤外吸収スペクトル、X線回折、熱重量分析、元素分析、電気泳動装置等にて分析したところ、CdSからなる粒子であることが確認された。なお、上記反応における各成分の使用割合は以下の通りであった。

5g /反応液 1l
0. 3g /反応液 1l
 10g /反応液 1l

【0031】

【表1】

【0032】

【表2】

	加熱前	加熱後
実施例1	淡黄色	淡黄色
実施例2	黄 色	黄 色
実施例3	淡黄色	淡黄色
実施例4	黄 色	黄 色
実施例5	黄 色	黄土色
実施例6	淡黄色	淡黄色
比較例1	淡黄色	淡黄色

【0033】実施例7

実施例1で得られたコアがスチレン重合体、シェルがCdSの複合粒子5gを空気雰囲気下で室温から600℃まで10℃/分の条件で昇温し、600℃で3時間維持

した。その後、10℃/分の割合で室温まで冷却し、中空粒子（以下、「中空粒子B」という。）を得た。中空粒子Bを電子顕微鏡にて観察したところ、平均粒子径は0.42μm、粒子外径に対する内部空孔径の比は0.

86であった。中空粒子Bを赤外吸収スペクトル、X線回折、元素分析、電気泳動装置等にて分析したところ、コアが空孔、シェルがCdSからなる中空粒子であることが確認された。中空粒子Bの形状、組成等ならびに分散性の評価結果を表3に示す。

【0034】実施例8～12

中空粒子の製造において使用する複合粒子および製造条件を表3に示すように変えた以外は実施例7と同様にして中空粒子を得た（実施例8～12）。得られた中空粒子の形状、組成等ならびに分散性の評価結果について、実施例7と併せて表3に示す。

【0035】比較例2

比較例1で得られたCdS粒子5gを空気雰囲気下で室温から800℃まで10℃/分の条件で昇温し、800℃で3時間維持した。その後、10℃/分の割合で室温まで冷却した。得られた粒子を電子顕微鏡にて観察したところ、平均粒子径は0.38μmであった。この粒子を赤外吸収スペクトル、X線回折、元素分析、電気泳動装置等にて分析したところ、CdSからなる粒子であることが確認された。前記CdS粒子の形状、組成等ならびに分散性の評価結果について実施例7と併せて表3に示す。

【0036】

【表3】

コア	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	比較例2
種類（実施例別）	実施例1	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例4	比較例1
コア組成	PST	PST	PST	P(ST/DVB)	PST	PST	CdS
シェル組成	CdS	CdS	CdS	CdS	CdS	CdS	CdS
平均粒子径(μm)	0.5	0.68	0.22	0.42	3.4	3.8	0.4
外径に対するコアの径径比	0.84	0.62	0.77	0.83	0.91	0.82	—
焼成条件							
雰囲気	空気	酸素	空気	空気	空気	空気	空気
昇温率(℃/分)	10	10	10	10	10	10	10
焼成温度(℃)	600	600	600	800	600	600	800
焼成時間(時間)	3	3	3	3	3	5	3
冷却率(℃/分)	10	10	10	10	10	10	10
球状中空粒子							
平均粒子径(μm)	0.47	0.63	0.2	0.38	3.3	3.6	0.38
外径に対する内部空孔径の比	0.81	0.62	0.77	0.85	0.92	0.8	—
コア組成	空孔	空孔	空孔	空孔	空孔	空孔	—
シェル組成	CdS	CdS	CdS	CdS	CdS	CdS	CdS
分散性	○	○	△	○	△	○	×

PVP：ポリビニルピロリドン
PST：ポリスチレン
P(ST/DVB)：スチレン/ジビニルベンゼン共重合体

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、均一な粒子形状を有し、粒子径分布が狭く、分散性および耐熱変色性に優

れ、かつ表面被覆層が強固でもはや被覆層成分が溶媒もしくは溶質へ移行することのない複合粒子および中空粒子の製造方法が提供される。また、本発明の複合粒子お

よび中空粒子は高強度、高機能を発現することができ、
顔料、研磨剤、コーティング剤、塗料、スペーサ、光学
材料、充填剤、トナー、樹脂改質剤、インク、吸着剤等

に好適に使用され、特にカラーフィルター等の電子材料
用の顔料として好適に使用される。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

// G 0 3 G 9/09